

中華民國經濟部智慧財產局

INTELLECTUAL PROPERTY OFFICE
MINISTRY OF ECONOMIC AFFAIRS
REPUBLIC OF CHINA

茲證明所附文件，係本局存檔中原申請案的副本，正確無訛，
其申請資料如下：

This is to certify that annexed is a true copy from the records of this
office of the application as originally filed which is identified hereunder：

申請日：西元 2003 年 11 月 25 日
Application Date

申請案號：092133109
Application No.

申請人：雷敏宏
Applicant(s)

局長
Director General

蔡練生

發文日期：西元 2004 年 3 月 1 日
Issue Date

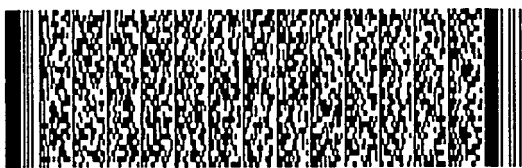
發文字號：09320192780
Serial No.

申請日期：	IPC分類
申請案號：	

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、 發明名稱	中 文	用於高純度氫氣純化之支撐式鈀膜之製備方法
	英 文	
二、 發明人 (共4人)	姓 名 (中文)	1. 雷敏宏 2. 陳乾坤 3. 許新圻
	姓 名 (英文)	1. 2. 3.
	國 籍 (中英文)	1. 中華民國 TW 2. 中華民國 TW 3. 中華民國 TW
	住居所 (中 文)	1. 台北市辛亥路四段101巷140弄64-8號 2. 台北縣板橋市民生路2段152號8樓 3. 基隆市中正區中正路393巷44-3號4樓
	住居所 (英 文)	1. 2. 3.
三、 申請人 (共1人)	名稱或 姓 名 (中文)	1. 雷敏宏
	名稱或 姓 名 (英文)	1.
	國 籍 (中英文)	1. 中華民國 TW
	住居所 (營業所) (中 文)	1. 台北市辛亥路四段101巷140弄64-8號 (本地址與前向貴局申請者相同)
	住居所 (營業所) (英 文)	1.
	代表人 (中文)	1.
	代表人 (英文)	1.

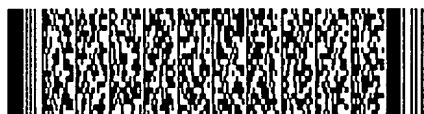


申請日期：	IPC分類
申請案號：	

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、 發明名稱	中 文	
	英 文	
二、 發明人 (共4人)	姓 名 (中文)	4. 洪嘉業
	姓 名 (英文)	4.
	國 籍 (中英文)	4. 中華民國 TW
	住居所 (中 文)	4. 新竹市長春街118巷10號
	住居所 (英 文)	4.
三、 申請人 (共1人)	名稱或 姓 名 (中文)	
	名稱或 姓 名 (英文)	
	國 籍 (中英文)	
	住居所 (營業所) (中 文)	
	住居所 (營業所) (英 文)	
	代表人 (中文)	
	代表人 (英文)	



四、中文發明摘要 (發明名稱：用於高純度氫氣純化之支撐式鈇膜之製備方法)

本發明提供一種用於高純度氫氣純化之支撐式鈇膜之製備方法，係包含下列步驟：提供一多孔性不銹鋼管做為支撐物；對該支撐物進行金屬填充；以一鈇鹽溶液對該支撐物進行無電鍍以沈積一鈇膜；以及利用直流電鍍法於該支撐物上繼續沈積鈇膜。

五、英文發明摘要 (發明名稱：)



六、指定代表圖

(一)、本案代表圖為：第一圖

(二)、本案代表圖之元件代表符號簡單說明：

10：鈹膜管

11：壓力室

12：氮氣

13：壓力閥



一、本案已向

國家(地區)申請專利

申請日期

案號

主張專利法第二十四條第一項優先權

無

二、☐主張專利法第二十五條之一第一項優先權：

申請案號：

無

日期：

三、主張本案係符合專利法第二十條第一項☐第一款但書或☐第二款但書規定之期間

日期：

四、☐有關微生物已寄存於國外：

寄存國家：

寄存機構：

寄存日期：

寄存號碼：

無

☐有關微生物已寄存於國內(本局所指定之寄存機構)：

寄存機構：

寄存日期：

寄存號碼：

無

☐熟習該項技術者易於獲得，不須寄存。



五、發明說明 (1)

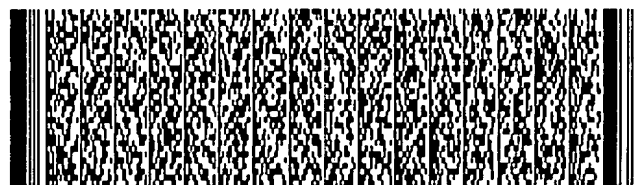
【發明所屬之技術領域】

本案係關於一種支撐式鈀膜，尤其是關於一種用於高純度氫氣純化之支撐式鈀膜之製備方法。

【先前技術】

支撐膜 (supported membrane) 係藉由沈積一金屬膜薄層於一多孔性支撐物 (porous support) 上而形成。早期支撐物之選擇著重在非對稱陶瓷之利用，陶瓷支撐物一般係由多層薄陶瓷結構所構成，該陶瓷結構藉由 α -氧化鋁所組成的太孔層為基礎底層，接著以較細顆粒且其上部具較小開口之中孔層修飾，最後再以微孔層加在最上層，做為薄膜沈積的最終表面。多孔性金屬支撐的薄膜發展較為延後係因為微細孔徑的多孔性不鏽鋼支撐體取得不易，但隨著市場對半導體次微米晶圓之氣體過濾的需求，中孔性的不鏽鋼支撐物成為普遍供應。大部分的中孔不鏽鋼具有範圍為 $0.2\ \mu\text{m}$ 至 $0.5\ \mu\text{m}$ 的孔徑結構，然而，其表面具有許多大小為 $20\ \mu\text{m}$ 至 $50\ \mu\text{m}$ 之相當大的凹陷結構，而這些大凹陷的結構會使得在其上的表面薄膜沈積變得困難且不可信賴。

在1998年時，本案申請人與在烏斯特 (Worcester) 理工學院馬憶華教授團隊合作下，首先發表了無缺點之多孔性不鏽鋼支撐式鈀膜 (palladium membrane)，此後便有數篇相關著作發表在文獻上，如美國專利US 6,152,987。其中大部分的報告皆採用無電鍍方法來沈積



五、發明說明 (2)

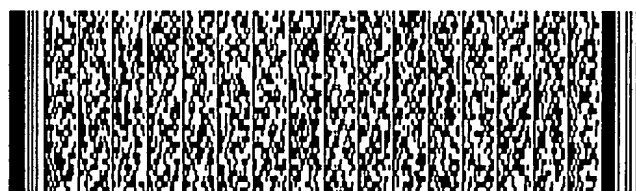
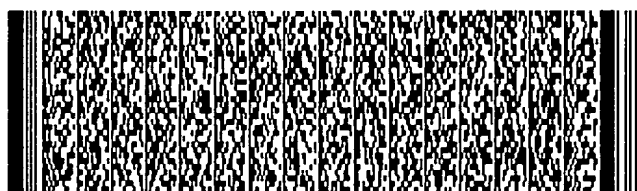
鈦膜，此技術之速率慢，並使用昂貴的鈦鹽化學劑，且之後必須進行廢液的處理。少數的報告則採用直流電的濺鍍法，然而，其在鈦層及不銹鋼層之間的結合相當的弱，且在工業應用上不實用。

中華民國專利公告第400307號揭露一種以支撐鈦膜協助蒸汽重組反應以製造高純度氫氣的方法，其所用的鈦膜製備只以無電鍍製備，表面沒有完整的研磨拋平，因此薄膜較厚，氫氣純度只由75%提升到99.9%而氫氣的滲透量也只在 $1-5\text{M}^3/\text{M}^2\text{-Hr}$ 之間。

Ito之專利 (JP2002119834) 揭露一種在多孔性陶瓷支撐物上製備一厚度為 $10\text{ }\mu\text{m}$ 之鈦/銀膜 (鈦/銀比例為77/23) 之方法，其係在 900°C 及低氣壓條件下黏合鈦層及銀層達10小時，該鈦層係利用無電鍍法沈積在微細陶瓷上，而該銀層則係電鍍於該鈦層之上。該專利有揭露破孔問題並以銀膠 (silver paste) 修補，以降低氫氣滲漏問題，然而，利用該缺陷修補後之鈦/銀膜所獲得的氫氣滲透純度也未被揭露於該專利中。

在Fujimoto之專利 (JP2002153740) 中，陶瓷被用作為沈積鈦膜之支撐物，而其厚度分別為5及20 mm，該鈦膜係利用一般無電鍍技術及組合物所製成，且未進一步揭露支撐物之製備法。雖然其主張該膜之氫氣防漏可高達0.6Mpa，但其仍未揭露利用該膜所獲得之氫氣純度。

Yokoda之專利 (JP 3288534) 則揭露一種無須平滑化支撐物表面來製備多孔性不銹鋼 (porous stainless steel,



五、發明說明 (3)

PSS) 支撐式鈰/銀合金膜之方法，所形成的膜可讓包含氫氣及二氧化碳（通常比例為75比25）之粗反應產物當中的氫氣通過。然而，其並未揭露利用該滲透膜所獲得的氫氣純度，因此，並無有關該膜之缺陷的資料，例如通常當一粗孔支撐物在無前處理而直接使用時，會有破孔及結合強度之問題。

職是之故，本發明鑑於習知技術之缺失，乃悉心試驗與研究，並一本鍥而不捨之精神，終創作出本發明之『用於高純度氫氣純化之支撐式鈰膜之製備方法』。

【發明內容】

本發明之目的係提供一種在多孔性不銹鋼（porous stainless steel, PSS）支撐物上製造一層鈰薄膜的方法，其可克服上述習知技藝的缺點。

本發明薄膜之製備首先利用研磨法來磨光支撐物表面，接著進行金屬填充，再種入鈰原子薄層以藉由後續之無電鍍方法或直流電鍍方法快速形成膜本體。經由此技術，本發明之PSS支撐式鈰膜可用於純化工業級（99.995%）至半導體級（99.9999%+）之氫氣，並可自包含80%氫氣及20%二氧化碳之粗混合物純化出純度達99.98%之氫氣。

為達上述目的，本發明提供一種用於高純度氫氣純化之支撐式鈰膜之製備方法，係包含下列步驟：提供一多孔性不銹鋼管做為支撐物；對該支撐物進行金屬填充；以一



五、發明說明 (4)

鈇鹽溶液對該支撐物進行無電鍍以沈積一鈇膜；以及利用直流電鍍法於該支撐物上繼續沈積鈇膜。

如所述之方法，其中該多孔性不銹鋼管係經由以下之前處理步驟：以砂紙或高週波震盪等方式進行機械式研磨，再進行電研磨；以8~10N鹽酸溶液於室溫下酸洗；以及在50~70℃下進行活化。

如所述之方法，其中該用以填充之金屬係為氫氣可滲透之微細金屬粉末。

如所述之方法，其中該用以填充之金屬係為鈇、鈳或鉍。

如所述之方法，其中該金屬粉末可與鈇膠或高溫環氧樹脂混合。

如所述之方法，其中在該金屬填充步驟後更包括對該支撐物進行研磨之步驟。

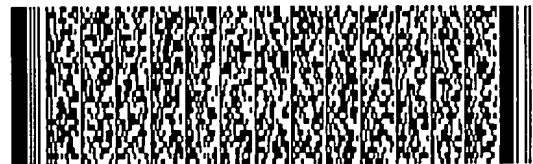
如所述之方法，其中該研磨步驟係利用砂紙進行機械研磨。

如所述之方法，其中該鈇鹽溶液成分為4.2~5.4 g/L之 $\text{Pd}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ 、60~74 g/L之EDTA、600~700 g/L之 NH_4OH 及0.32~0.4 c.c./L之 NH_2NH_2 。

如所述之方法，其中該無電鍍進行時間為120~360分鐘。

如所述之方法，其中該無電鍍進行溫度為50~70℃。

如所述之方法，其中該直流電鍍步驟之靶材為99~99.9%之鈇。



五、發明說明 (5)

如所述之方法，其中該直流電鍍步驟係在 10^{-2} ~ 10^{-5} torr之真空壓力、200~500 W之功率輸入及25℃~250℃條件下進行。

如所述之方法，其中該直流電鍍步驟進行時間為60~120分鐘。

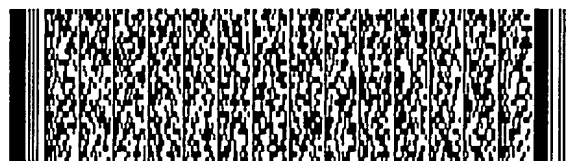
如所述之方法，其中在該直流電鍍步驟後所得之鈇膜厚度為5~30 μm 。

如所述之方法，更包含將該鈇膜在450~550℃及包含3~10%之氫氣的氮氣環境中進行黏合4~8小時之步驟。

本發明另一方面提供一種用於高純度氫氣純化之支撐式鈇膜之製備方法，係包含下列步驟：提供一多孔性不銹鋼管做為支撐物；對該支撐物進行金屬填充；以及以一鈇鹽溶液對該支撐物進行無電鍍以沈積一鈇膜。

本發明又一方面提供一種用於高純度氫氣純化之支撐式鈇/銀膜之製備方法，係包含下列步驟：提供一多孔性不銹鋼管做為支撐物；對該支撐物進行金屬填充；以一鈇鹽溶液對該支撐物進行無電鍍以沈積一鈇膜；以一銀鹽溶液對該支撐物進行無電鍍以沈積一銀膜；黏合該鈇膜及該銀膜以形成鈇/銀合金膜；以及利用直流電鍍法於該支撐物上繼續沈積一鈇/銀膜。

如所述之方法，其中該多孔性不銹鋼管係經由以下之前處理步驟：以砂紙或高週波震盪等方式進行機械式研磨，再進行電研磨；以8~10N鹽酸溶液於室溫下酸洗；以及



五、發明說明 (6)

在50~70℃下進行活化。

如所述之方法，其中該用以填充之金屬係為氫氣可滲透之微細金屬粉末。

如所述之方法，其中該用以填充之金屬係為鈮、鈮或鉭。

如所述之方法，其中該金屬粉末可與鈮膠或高溫環氧樹脂混合。

如所述之方法，其中在該金屬填充步驟後更包括對該支撐物進行研磨之步驟。

如所述之方法，其中該研磨步驟係利用砂紙進行機械研磨。

如所述之方法，其中該鈮鹽溶液成分為4.2~5.4 g/L之 $\text{Pd}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ 、60~74 g/L之EDTA、600~700 g/L之 NH_4OH 及0.32~0.4 c.c./L之 NH_2NH_2 。

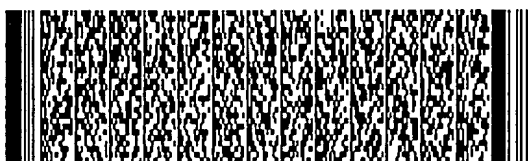
如所述之方法，其中該銀鹽溶液成分為0.2~1 g/L AgNO_3 、60~74 g/L EDTA、600~700 g/L NH_4OH 及0.32~0.4 c.c./L NH_2NH_2 。

如所述之方法，其中該無電鍍進行溫度為50~70℃。

如所述之方法，其中該直流電鍍步驟之靶材為重量組成比為77/23~60/40之鈮/銀合金。

如述之方法，其中該直流電鍍步驟係在 10^{-3} ~ 10^{-5} torr之真空壓力、200~500 W之功率輸入及25℃~250℃條件下進行。

如所述之方法，其中黏合該鈮膜及該銀膜之步驟係於



五、發明說明 (7)

包含3~10%之氫氣的氫氣環境中，以450~550℃進行黏合4~8小時。

如所述之方法，其中在該直流電鍍步驟後所得之鈰膜厚度為5~30 μm 。

本發明再一方面提供一種用於高純度氫氣純化之支撐式鈰/銀膜之製備方法，係包含下列步驟：提供一多孔性不銹鋼管做為支撐物；對該支撐物進行金屬填充；以一鈰鹽溶液對該支撐物進行無電鍍以沈積一鈰膜；以一銀鹽溶液對該支撐物進行無電鍍以沈積一銀膜；以及黏合該鈰膜及該銀膜以形成鈰/銀合金膜。

本案得藉由下列實施方式與圖式說明，俾得一更清楚之瞭解。

【實施方式】

本發明所採用之多孔性不銹鋼 (PSS) 管可自市場上購得，其外徑為9.575至25.4 mm (3/8至1吋)，長度為50至1500 mm (2至60吋)。利用旋轉氫焊機 (Orbital Solder)，在氫氣存在下將該多孔性不銹鋼與兩支相同直徑之標準不銹鋼管分別連接於其兩端。該標準不銹鋼管中較短的一支 (30 mm) 具有密封的末端，而較長的另一支 (100 mm) 則具有開放的末端。分別利用#400、#800、#1000及#1200號砂紙或高週波震盪研磨機研磨該被延長之多孔性不銹鋼管，接著將該研磨後之多孔性支撐物進行簡短的電研磨。平滑化後之多孔性不銹鋼管以10N之鹽酸溶

五、發明說明 (8)

液清洗5分鐘，再於室溫下，在超音波震盪槽中水洗3分鐘。重複上述清洗步驟三次，之後以蒸餾水潤洗。再將該多孔性不銹鋼管依序以下列有機溶劑：丙酮

(acetone)、甲苯 (toluene)、甲基第三丁基醚

(methyl tert-butyl ether, MTBE) 及丙酮 (acetone)

分別於超音波震盪槽清洗15分鐘，最後再風乾該清洗完之多孔性不銹鋼管。該多孔性支撐物可在活化後以鈀鹽溶液進行無電鍍，或以氫氣可滲透之微細金屬粉末進行填充，例如利用鈀 (palladium)、鈮 (niobium) 或鉭

(tantalum)，或混合鈀膠 (palladium paste) 或高溫環氧樹脂 (epoxy resin) 來填滿表面孔洞。再以#1800號砂紙輕輕研磨該多孔性不銹鋼管，以平滑化其表面，並使金屬層暴露出來以利其後之薄膜沈積。

實例1：多孔性不銹鋼 (PSS) 支撐物之預備

1. PSS支撐物：自Mott公司購得5 cm長、孔徑為 $0.2\ \mu\text{m}$ 之PSS管。

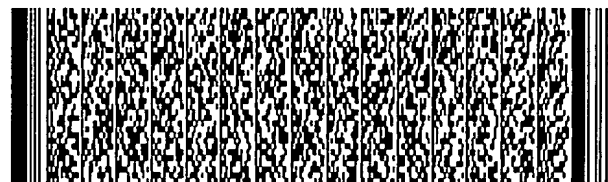
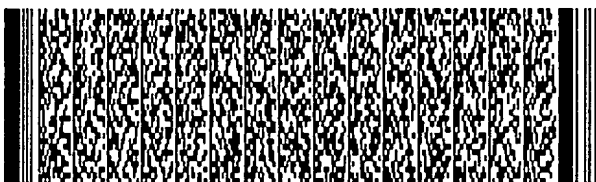
2. 研磨：

(1) 機械研磨：將該支撐物基材以#150、#220、#400、#600、#800、及#1000號砂紙分別研磨其表面3分鐘。

(2) 電研磨：以30瓦特之功率 (2.5A及12V) 輸入進行電研磨90秒。

(3) 在 $100\ ^\circ\text{C}$ 下乾燥1小時。

(4) 稱重。



五、發明說明 (9)

3. 在室溫下酸洗：

在室溫下以8~10N (較佳為10N) 鹽酸溶液酸洗5分鐘，再以清水沖洗3分鐘，之後以去離子水於超音波震盪槽中震5分鐘。重複上述步驟兩次。

4. 在50~70℃ (較佳為50℃) 下活化：

在超音波震盪槽中，將該支撐物浸潤於50 c.c. 去離子水中30秒，接著以50 c.c. 溶液A (0.1g 氯化錫 + 0.1c.c./L 鹽酸) 處理1分鐘。同樣地，再以50 c.c. 去離子水清洗30秒，接著以50 c.c. 溶液B (0.1g 氯化鈮 + 0.1c.c./L 鹽酸) 處理1分鐘。再以50 c.c. 去離子水清洗該支撐物30秒，之後重複上述步驟5次。最後，將該活化之支撐物置於50 c.c. 聯氨溶液 (N_2H_2 179 c.c./L) 中30秒。

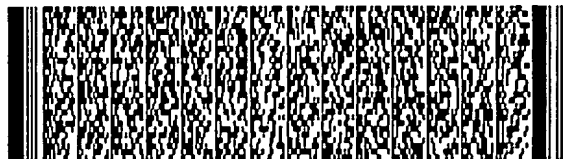
實例2：金屬填充

1. 清洗金屬表面：

將約0.2-0.4 gm 且平均直徑為1 μm 之鈮或鈮金屬粉末 (購自Aldrich Chemicals Co.) 置於50 c.c. 磷酸溶液中1小時，接著在超音波震盪槽中以5 c.c. 水浸洗30分鐘，重複此步驟三次。

2. 金屬填充：

將上述清洗過之平均直徑約為1 μm 之鈮或鈮金屬粉末與鈮膠或300℃之商用高溫環氧樹脂混合，並填充入活化後之該PSS支撐物孔內。



五、發明說明 (10)

3. 固化：

將上述金屬填充後之PSS支撐物在包含10%之氫氣的氮氣環境中，於550℃下固化8小時。

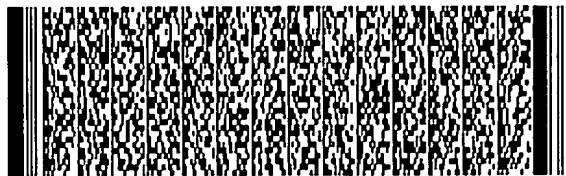
4. 研磨：

將該金屬填充後之PSS支撐物以#1800號之砂紙機械研磨3分鐘，再於超音波震盪槽中水洗3分鐘。

實例3：利用無電鍍進行膜沈積

研磨後之多孔性不銹鋼管置於電鍍槽中，在50~70℃下進行無電鍍120~360分鐘於其上形成鈰膜，所用的鍍液成分包含4.2~5.4 g/L 之 $\text{Pd}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ 、60~74 g/L 之EDTA、600~700 g/L 之 NH_4OH 及0.32~0.4 c.c./L 之 NH_2NH_2 ，較佳為包含4.9 g/L $\text{Pd}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ 、67g/L EDTA、653.5 g/L NH_4OH 及0.36 c.c./L NH_2NH_2 ，且該鍍液之體積須足以覆蓋整個多孔性不銹鋼管。之後在包含3~10%之氫氣的氮氣環境中，於450~550℃下黏合4~8小時。利用此一無電鍍，可獲得厚度約為5~25 μm 之膜（該厚度係以增加的重量、表面積及鈰密度（12 g/cm³）計算而得）。

亦可在多孔性不銹鋼管上沈積鈰/銀合金膜，其係利用鈰鍍液（包含4.2~5.4 g/L 之 $\text{Pd}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ 、60~74 g/L 之EDTA、600~700 g/L 之 NH_4OH 及0.32~0.4 c.c./L 之 NH_2NH_2 ，較佳為包含4.9 g/L $\text{Pd}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ 、67g/L EDTA、653.5 g/L NH_4OH 及0.36 c.c./L NH_2NH_2 ）及銀鍍液（包含0.2~1 g/L AgNO_3 、60~74 g/L EDTA、600~700 g/L NH_4OH 及0.32~0.4



五、發明說明 (11)

c. c. /L NH_2NH_2 ，較佳為包含 0.563 g/L AgNO_3 、67 g/L EDTA、653.5 g/L NH_4OH 及 0.36 c. c. /L NH_2NH_2) 分別沈積鈇膜及銀膜於該 PSS 支撐物上。該合金膜接著在包含 3~10 % 之氫氣的氮氣環境中，以 450~550 °C 進行黏合 4~8 小時，以確保相互擴散及合金形成。

實例 4：利用直流電鍍鍍進行膜沈積

將上述已沈積鈇膜或鈇/銀膜之多孔性不銹鋼管依序以蒸餾水及丙酮潤洗，接著將該管在室溫下以真空乾燥，並移至直流電鍍鍍機中，在 10^{-3} ~ 10^{-5} torr 之真空壓力、200~500 W 之功率輸入及 25~250 °C 條件下，以相對應之靶材沈積鈇膜或鈇/銀膜 60~120 分鐘，以獲得總厚度為 5~30 μm 之膜。其後，將該膜在 450~550 °C 及包含 3~10 % 之氫氣的氮氣環境中進行黏合 4~8 小時。其中，用於沈積鈇膜之靶材為 99~99.9 % 之鈇，其外徑為 100 mm；而用於沈積鈇/銀膜之靶材的鈇/銀合金重量組成比為 77/23~60/40，其外徑為 100 mm。

實例 5：所形成膜之測試

1. 在氮氣下之滲漏測試

將鈇膜管 10 之開口端連接一安裝於水槽之壓力室 11 之管線接頭，如第一圖所示。將氮氣 12 以 5 Bar 之定壓送入壓力室 11 中，接著將壓力閥 13 關閉。若無因膜之缺陷或破孔所造成的滲漏發生，則不會有氮氣泡自膜管內側產生，



五、發明說明 (12)

且壓力計測得之壓力值會維持恆定而不會降低。而以本發明製得之膜管有大於85%通過了此一滲漏測試。

2. 工業級 (99.995 mol %) 氫氣之滲透測試

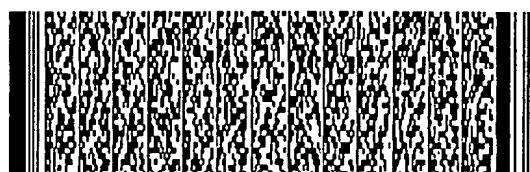
將通過氫氣滲漏測試之膜管進行工業級 (99.995 mol %) 氫氣之滲透測試，在不同之外側 (shell side) 壓力 P_1 下測試氫氣滲透率，而在滲透側 (permeate side) 或內管側 (tube side) 之壓力 P_2 則維持一大氣壓，所得結果如表一所示。將氫氣流量對 $[(P_1)^{1/2} - (P_2)^{1/2}]$ 之值作圖，如第二圖所示，計算其斜率可得滲透率為 $2 \times 10^{-4} \text{ mol}/(\text{M}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa}^{1/2})$ 。

表一 膜管之純氫氣滲透量與壓力關係表

壓力 atm	2	3	4	5	6.25	7.56	9
流量 $\text{mole} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$	0.0139	0.0299	0.0435	0.0601	0.0773	0.0942	0.1112

3. 80 mol % 純度氫氣 (含20 mol % 二氧化碳) 之滲透測試

包含80 mol % 氫氣及20 mol % 二氧化碳之混合氣體可自工業用氣體公司 (San Fu Chemical Co.) 購得。利用該氣體混合物，在不同之外側 (shell side) 壓力 P_1 下測試氫氣滲透率，所得結果如表二所示。將氫氣流量對 $[(P_1)^{1/2} - (P_2)^{1/2}]$ 之值作圖，如第三圖所示，利用該斜率計算滲透



五、發明說明 (13)

率 $[(0.8P_1)^{1/2} - (P_2=1)^{1/2}]$ 。

表二 膜管之80%氫氣滲透能力表

壓力 atm	2	3	4	5	6.25	7.56	9
流量 $\text{mole-m}^{-2}\text{s}^{-1}$	0.0053	0.0143	0.0279	0.0322	0.0471	0.0587	0.0723

以上氫氣之純度，皆從80%提昇至99.98%以上。

故本發明所製得之支撐式鈹膜適用於高純度氫氣之製備，因此，本案實為一新穎、進步及實用之發明，爰依法提出申請。本發明得由熟習此技藝之人士任施匠思而為諸般修飾，然皆不脫如附申請專利範圍所欲保護者。



圖式簡單說明

圖式簡單說明

第一圖：其係顯示本發明支撐式鈀膜管進行氬氣滲漏測試之示意圖。

第二圖：其係顯示本發明支撐式鈀膜管進行工業級（99.995 mol %）氬氣之氬氣滲透測試結果。

第三圖：其係顯示本發明支撐式鈀膜管進行包含80 mol % 氬氣及20 mol % 二氧化碳之混合氣體之氬氣滲透測試結果。

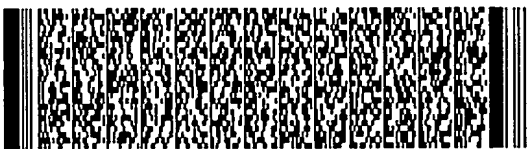
圖式符號說明

10：鈀膜管

11：壓力室

12：氬氣

13：壓力閥



六、申請專利範圍

1. 一種用於高純度氫氣純化之支撐式鈀膜之製備方法，係包含下列步驟：

提供一多孔性不銹鋼管做為支撐物；

對該支撐物進行金屬填充；

以一鈀鹽溶液對該支撐物進行無電鍍以沈積一鈀膜；以及

利用直流電鍍法於該支撐物上繼續沈積鈀膜。

2. 如申請專利範圍第1項所述之方法，其中該多孔性不銹鋼管係經由以下之前處理步驟：

以砂紙或高週波震盪等方式進行機械式研磨，再進行電研磨；

以8~10N鹽酸溶液於室溫下酸洗；以及

在50~70℃下進行活化。

3. 如申請專利範圍第1項所述之方法，其中該用以填充之金屬係為氫氣可滲透之微細金屬粉末。

4. 如申請專利範圍第1項所述之方法，其中該用以填充之金屬係為鈀、鈳或鈹。

5. 如申請專利範圍第3項所述之方法，其中該金屬粉末可與鈀膠或高溫環氧樹脂混合。

6. 如申請專利範圍第1項所述之方法，其中在該金屬填充步驟後更包括對該支撐物進行研磨之步驟。

7. 如申請專利範圍第6項所述之方法，其中該研磨步驟係利用砂紙進行機械研磨。

8. 如申請專利範圍第1項所述之方法，其中該鈀鹽溶液成



六、申請專利範圍

分為4.2~5.4 g/L之 $\text{Pd}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ 、60~74 g/L之EDTA、600~700 g/L之 NH_4OH 及0.32~0.4 c.c./L之 NH_2NH_2 。

9. 如申請專利範圍第1項所述之方法，其中該無電鍍進行時間為120~360分鐘。

10. 如申請專利範圍第1項所述之方法，其中該無電鍍進行溫度為50~70℃。

11. 如申請專利範圍第1項所述之方法，其中該直流電鍍鍍步驟之靶材為99~99.9%之鈀。

12. 如申請專利範圍第1項所述之方法，其中該直流電鍍鍍步驟係在 10^{-2} ~ 10^{-5} torr之真空壓力、200~500 W之功率輸入及25℃~250℃條件下進行。

13. 如申請專利範圍第1項所述之方法，其中該直流電鍍鍍步驟進行時間為60~120分鐘。

14. 如申請專利範圍第1項所述之方法，其中在該直流電鍍鍍步驟後所得之鈀膜厚度為5~30 μm 。

15. 如申請專利範圍第1項所述之方法，更包含將該鈀膜在450~550℃及包含3~10%之氫氣的氮氣環境中進行黏合4~8小時之步驟。

16. 一種用於高純度氫氣純化之支撐式鈀膜之製備方法，係包含下列步驟：

提供一多孔性不銹鋼管做為支撐物；

對該支撐物進行金屬填充；以及

以一鈀鹽溶液對該支撐物進行無電鍍以沈積一鈀膜。

17. 一種用於高純度氫氣純化之支撐式鈀/銀膜之製備方



六、申請專利範圍

法，係包含下列步驟：

提供一多孔性不銹鋼管做為支撐物；

對該支撐物進行金屬填充；

以一鈮鹽溶液對該支撐物進行無電鍍以沈積一鈮膜；

以一銀鹽溶液對該支撐物進行無電鍍以沈積一銀膜；

黏合該鈮膜及該銀膜以形成鈮/銀合金膜；以及

利用直流電鍍法於該支撐物上繼續沈積一鈮/銀膜。

18. 如申請專利範圍第17項所述之方法，其中該多孔性不銹鋼管係經由以下之前處理步驟：

以砂紙或高週波震盪等方式進行機械式研磨，再進行電研磨；

以8~10N鹽酸溶液於室溫下酸洗；以及

在50~70℃下進行活化。

19. 如申請專利範圍第17項所述之方法，其中該用以填充之金屬係為氫氣可滲透之微細金屬粉末。

20. 如申請專利範圍第17項所述之方法，其中該用以填充之金屬係為鈮、鈮或鈮。

21. 如申請專利範圍第19項所述之方法，其中該金屬粉末可與鈮膠或高溫環氧樹脂混合。

22. 如申請專利範圍第17項所述之方法，其中在該金屬填充步驟後更包括對該支撐物進行研磨之步驟。

23. 如申請專利範圍第22項所述之方法，其中該研磨步驟係利用砂紙進行機械研磨。

24. 如申請專利範圍第17項所述之方法，其中該鈮鹽溶液



六、申請專利範圍

成分為4.2~5.4 g/L 之 $\text{Pd}(\text{NH}_3)_4\text{Cl}_2$ 、60~74 g/L 之EDTA、600~700 g/L 之 NH_4OH 及0.32~0.4 c.c./L 之 NH_2NH_2 。

25. 如申請專利範圍第17項所述之方法，其中該銀鹽溶液成分為0.2~1 g/L AgNO_3 、60~74 g/L EDTA、600~700 g/L NH_4OH 及0.32~0.4 c.c./L NH_2NH_2 。

26. 如申請專利範圍第17項所述之方法，其中該無電鍍進行溫度為50~70℃。

27. 如申請專利範圍第17項所述之方法，其中該直流電鍍鍍步驟之靶材為重量組成比為77/23~60/40之鈀/銀合金。

28. 如申請專利範圍第17項所述之方法，其中該直流電鍍鍍步驟係在 10^{-3} ~ 10^{-5} torr之真空壓力、200~500 W之功率輸入及25℃~250℃條件下進行。

29. 如申請專利範圍第17項所述之方法，其中黏合該鈀膜及該銀膜之步驟係於包含3~10%之氫氣的氮氣環境中，以450~550℃進行黏合4~8小時。

30. 如申請專利範圍第17項所述之方法，其中在該直流電鍍鍍步驟後所得之鈀膜厚度為5~30 μm 。

31. 一種用於高純度氫氣純化之支撐式鈀/銀膜之製備方法，係包含下列步驟：

提供一多孔性不銹鋼管做為支撐物；

對該支撐物進行金屬填充；

以一鈀鹽溶液對該支撐物進行無電鍍以沈積一鈀膜；

以一銀鹽溶液對該支撐物進行無電鍍以沈積一銀膜；以

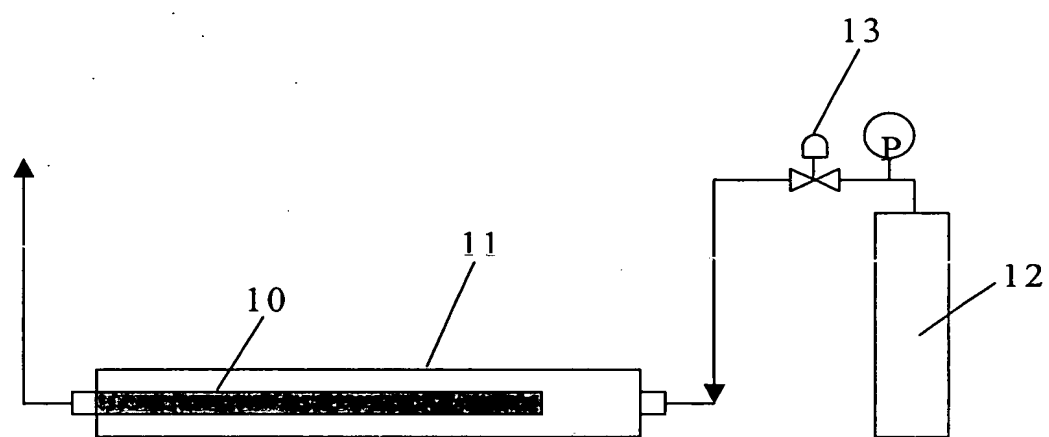
及



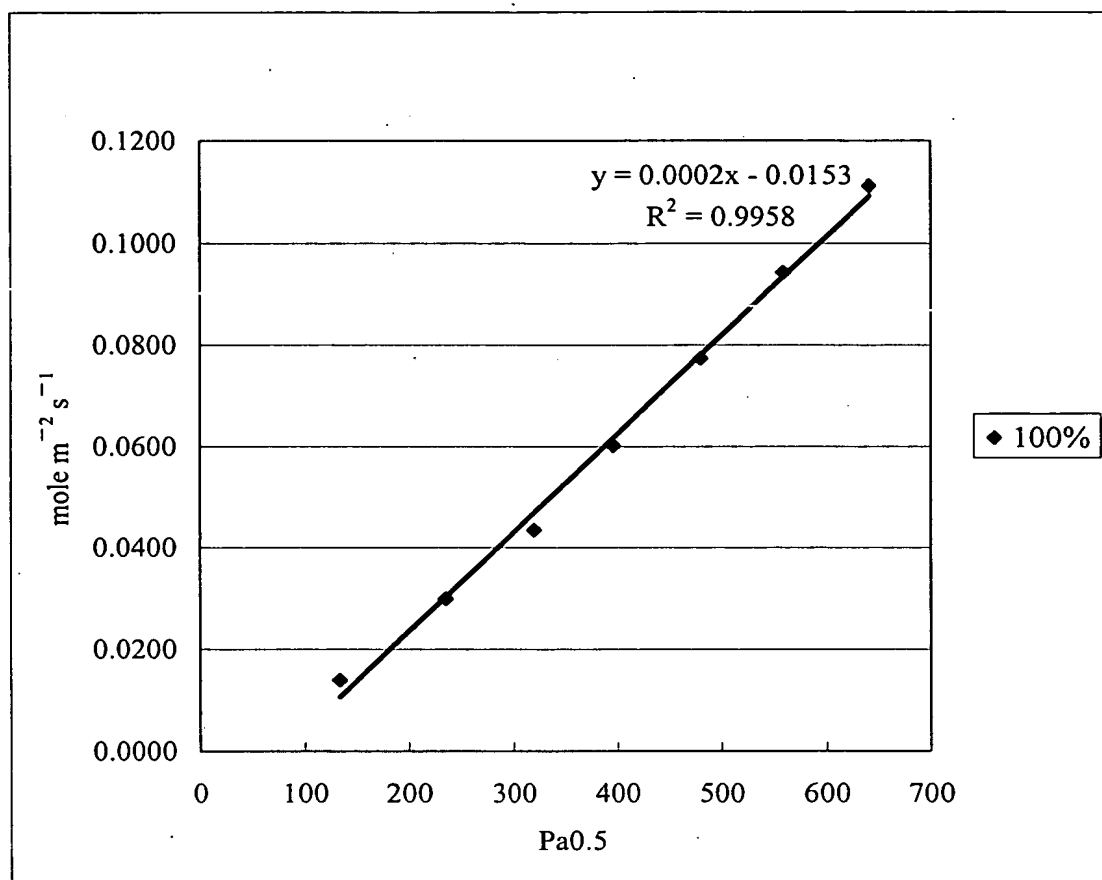
六、申請專利範圍

黏合該鈰膜及該銀膜以形成鈰/銀合金膜。

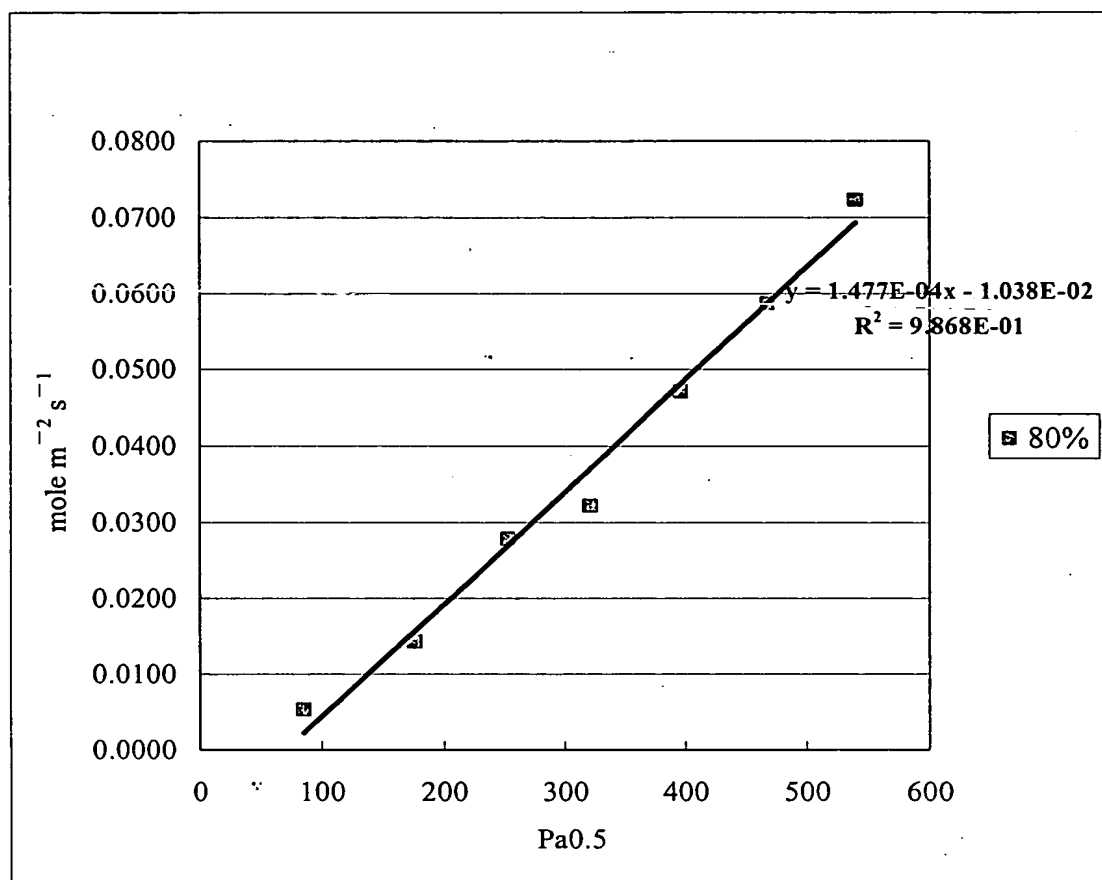




第一圖

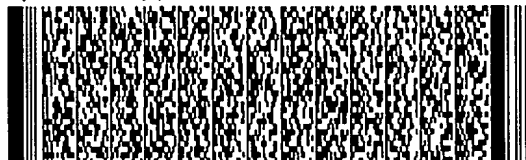


第二圖



第三圖

第 1/24 頁



第 2/24 頁



第 3/24 頁



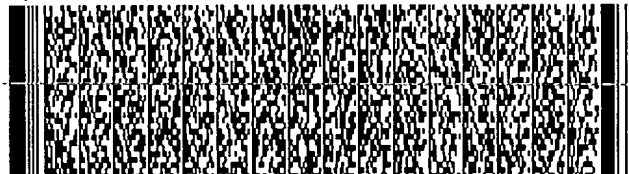
第 4/24 頁



第 5/24 頁



第 6/24 頁



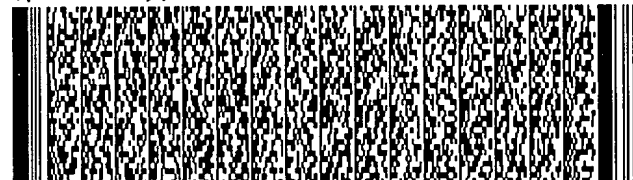
第 6/24 頁



第 7/24 頁



第 7/24 頁



第 8/24 頁



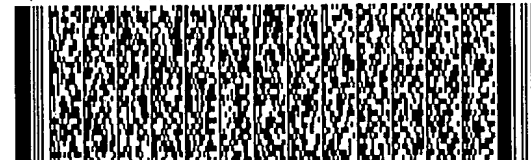
第 8/24 頁



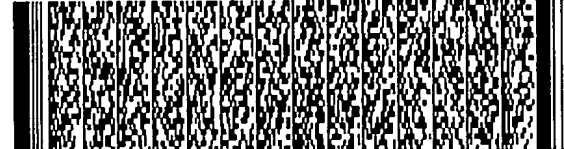
第 9/24 頁



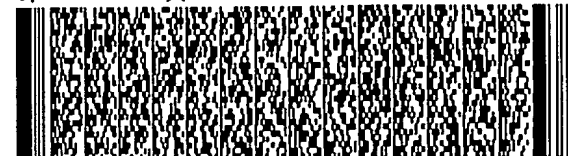
第 9/24 頁



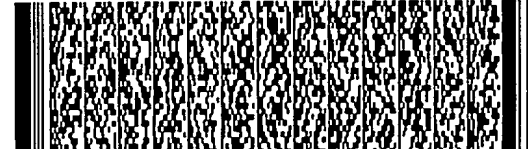
第 10/24 頁



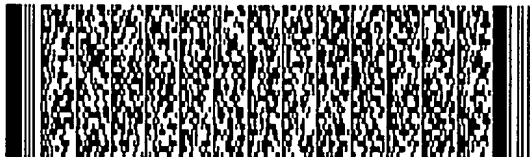
第 10/24 頁



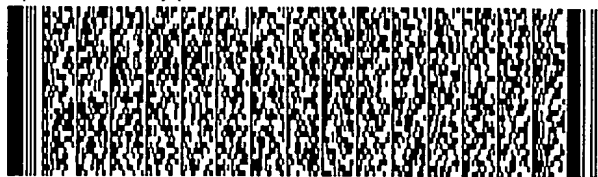
第 11/24 頁



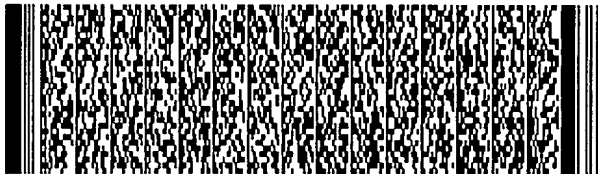
第 11/24 頁



第 12/24 頁



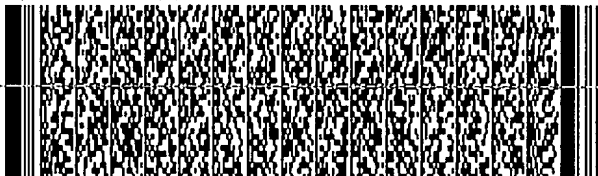
第 12/24 頁



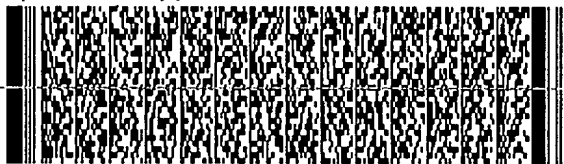
第 13/24 頁



第 13/24 頁



第 14/24 頁



第 14/24 頁



第 15/24 頁



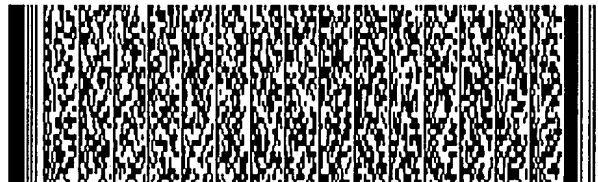
第 15/24 頁



第 16/24 頁



第 16/24 頁



第 17/24 頁



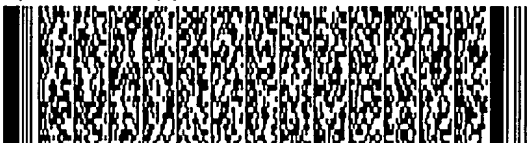
第 17/24 頁



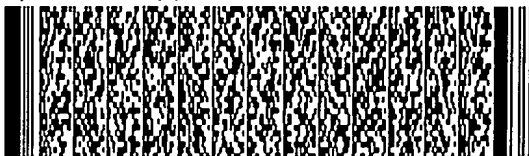
第 18/24 頁



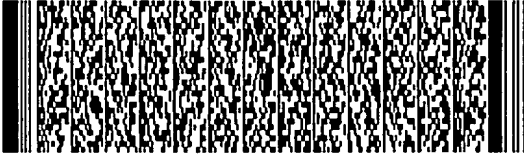
第 19/24 頁



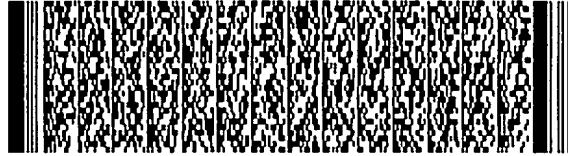
第 20/24 頁



第 20/24 頁



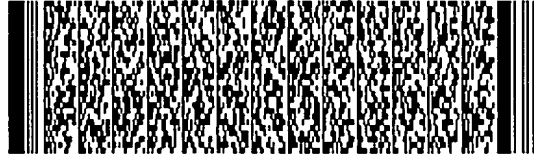
第 21/24 頁



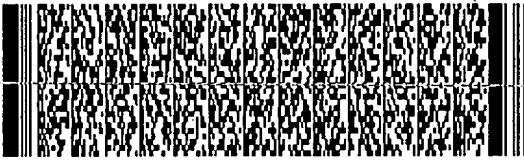
第 21/24 頁



第 22/24 頁



第 22/24 頁



第 23/24 頁



第 23/24 頁



第 24/24 頁

